

TSK-GEL テクニカルインフォメーション

SECによるシリカ系ナノ粒子の分離

近年、ナノテクノロジーに関する検討が盛んに行われています。特に、材料ナノテクノロジーは、化学工学や材料分野のみでなく、医療、情報、環境等の広範な分野においても、革新的な新技術への発展が期待されています。しかし、その中心となるナノ粒子は、物性(粒子径、粒子の形状、及び、粒子径分布等)が、その性能に大きな影響を及ぼすにもかかわらず、それらが十分に制御された合成方法は、未だに確立されていません。

今回、ナノ粒子を粒子径に従って分別する方法として、SEC(サイズ排除クロマトグラフィー)法の検討を行った例を紹介します。

モデル試料として、平均粒子径の異なるシリカ系ナノ粒子(カドイト[®]-S、触媒化成工業(株)製)を使用しました。図1に、シリカ系ナノ粒子(平均粒子径:43nm)のTEM(透過型電子顕微鏡)写真を示します。

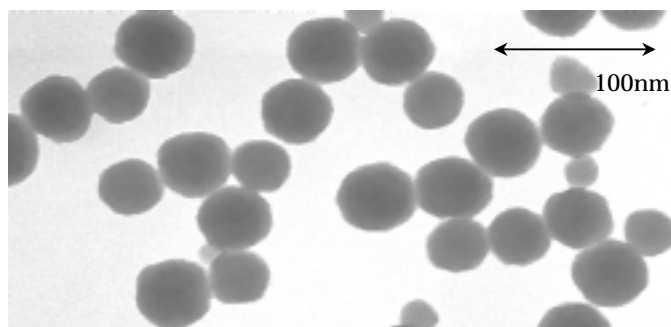


図1 シリカ系ナノ粒子(平均粒子径 43nm)のTEM写真

SECカラムには、親水性ビニル系ポリマーを基材とするTSKgel SuperAWシリーズを使用しました。溶離液には、今回の試料がゲル化を起こしにくいとされるリン酸緩衝液を使用し、最も安定性の高いpH9.0に調整しました。検出器には、RI検出器とUV検出器(検出波長:210nm)を併用しています。

HPLC 分析条件

Column	: TSKgel SuperAW6000+5000+4000+4000 (6.0mmI.D. x 15cm x 4)
Eluent	: 5mmol/L Na ₂ HPO ₄ (pH9.0)
Flow rate	: 0.6mL/min
Column temp.	: 40
Detector	: RI, UV(210nm)
Sample load	: 30 µg

図2に、平均粒子径の異なるシリカ系ナノ粒子のクロマトグラム(RI検出器)を示します。平均粒子径43nmの試料が、約10~50nmの粒子径分布を持つことがクロマトグラムより示され、この結果は、TEM写真(図1)によるものと一致しています。

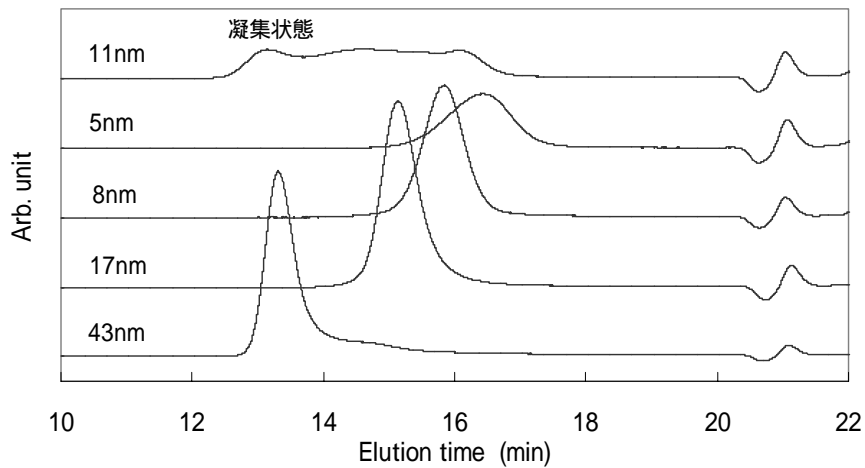


図 2 シリカ系ナノ粒子のクロマトグラム (RI 検出器)

図 3 に、平均粒子径の異なる 3 種類のシリカ系ナノ粒子の混合試料のクロマトグラムを示します。SEC 法により、数 nm から数十 nm の粒子径範囲で、シリカ系ナノ粒子の粒子径に基づいた分離を行うことができました。また、凝集体についても凝集粒子径で分離することが出来、凝集状態の評価も可能であることが分かりました。

本検討では、モデルナノ粒子として、シリカ系ナノ粒子を使用しましたが、他のナノ粒子系にも展開可能であるものと考えられます。本法は、スケールアップも容易であることから、粒子径分布の狭いナノ粒子を得る為の、精製過程への適用も期待できます。

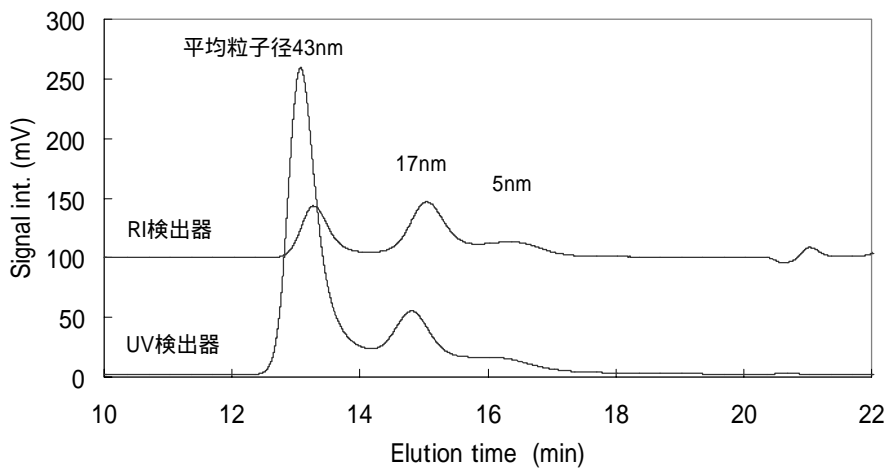


図 3 混合試料のクロマトグラム

本研究は、「ナノ粒子の合成と機能化技術プロジェクト」と共同で行われたものです。